

FOSZFORMEGHATÁROZÁS DUBOSQUE-FÉLE KOLORIMÉTERREL*

Írta: NAGY PÁL

A foszfor koloriméteres meghatározása molibdénés komplexe alakjában igen elterjedt és a talajvizsgálatoknál, valamint az iparban is jól használható. A meghatározás kivitelezése vázlatosan a következő (1): A vizsgálandó oldathoz, amely a foszfort foszfát alakjában tartalmazza, ammóniummolibdenátot adunk, majd nátriumszulfit és hidrokinon-oldattal redukáljuk. Kék színű komplex vegyület, molibdénkék keletkezik, melynek fényelnyelőképességét meghatározva, az oldat foszfortartalma kiszámítható. A méréshez Pulfrich fotométer alkalmazása szokásos. Dubosque koloriméter használatakor (2) összehasonlító oldat szükséges, amelyet ismert koncentrációjú káliumdihidrofoszfát oldatból, a vizsgálandóval azonos módon készítünk és ehhez viszonyítjuk a meghatározandó oldat fényelnyelését. A mérés során úgy változtatjuk a rétegvastagságokat, hogy a két oldat fényelnyelése azonos legyen. Ekkor BEER törvénye alapján:

$$c_1 \cdot l_1 = c_0 \cdot l_0$$

ahol c_1 a vizsgálandó, c_0 az összehasonlító oldat koncentrációja, l_1 a vizsgálandó, l_0 az összehasonlító oldat rétegvastagsága. Ismerve a c_0 -t és leolvassva az l_1 -et, l_0 -t, a c kiszámítható.

A Dubosque koloriméter azonban annak ellenére, hogy könnyen beszerezhető, egyszerűen kezelhető és a gyakorlati élet számára kielégítő pontosságú, ehhez a méréshez nem praktikus. Ugyanis a foszfor molibdénés komplexének színe lassan fejlődik ki és viszonylag rövid ideig állandó, így minden méréshez a vizsgálandó oldattal párhuzamosan új összehasonlító oldatot kell készíteni.

Kísérleteket végeztem egy olyan módszer kialakítására, amely kiküszöböli az összehasonlító oldat használatát, hogy így kedvezőbb legyen a Dubosque koloriméter alkalmazása foszfor meghatározására. Az alant közölt módszer egyszerűsíti a mérést és lehetővé teszi, hogy a drágább külföldi Pulfrich fotométer helyett, praktikusán használhassuk az olcsóbb hazai műszert.

* A Művelődésügyi Minisztérium újítként elfogadta.

A módszer leírása

Összehasonlító oldat helyett különböző fényelnyelő anyagokat használtam, mint például homályos vagy kék üveglapot, fehér vagy kék celluloid lapot. Vizsgálataim szerint, foszfor meghatározásnál *legalkalmasabb a fehér, áttetsző kb. 1 mm vastag celluloid-lap*. Ennek megállapítottam a fényelnyelését, ismert koncentrációjú káliumdihirofoszfát oldatból készült összehasonlító oldathoz viszonyítva. Egy 3x3 cm nagyságú celluloid lapot a bal küvettaemelővel a megvilágítóablakra szorítottam és a jobb küvettaiba olyan koncentrációjú összehasonlító oldatot helyeztem, hogy a rétegvastagság mérhető legyen. Vörös színszűrőt használva változtattam az összehasonlító oldat rétegvastagságát, amíg a látómező megvilágítása egyenlő lett. Ekkor

$$c_0 \cdot l_0 = K$$

ahol K a celluloid-lap fényelnyelésével kapcsolatos viszonyszám. Ismerve a c_0 -t és leolvassa az l_0 -t, a K értéke kiszámítható. Miután a viszonyszám ugyanazon celluloid lappal, foszformeghatározás esetén állandó, *csak ennek meghatározásakor kell összehasonlító oldatot alkalmazni*. A továbbiakban az ismeretlen koncentrációjú oldatot az ismert helyén, a celluloid lappal szemben mérve:

$$c_1 \cdot l_1 = K$$

Leolvassa az l_1 -et és ismerve a K -t, az ismeretlen koncentráció kiszámítható:

$$c_1 = \frac{K}{l_1}$$

Ezen módszerrel a mérés pontossága is növelhető, mert a koloriméter azonos oldalán mérjük az ismert (a viszonyszám megállapításánál) és az ismeretlen koncentrációjú oldatot is. Így a két oldal között esetleg meglévő differencia kiesik.

A módszer használhatóságának szemléltetésére közlök néhány mérési adatot. A használt celluloid lap viszonyszáma 7,203. (Ezen szám 5 különböző koncentrációjú összehasonlító oldattal meghatározott viszonyszám középértéke.) Ilyen viszonyszám mellett, 100 ml térfogatban kb. 0,13–1,2 mg foszfort határozhatunk meg, ami például a talajok foszfortartalmának meghatározásához megfelelő. A 2 mg körüli, vagy ennél több foszfort tartalmazó oldattal, a mérés nagyobb viszonyszám mellett sem volt elvégezhető, mert az ilyen tömény oldat nem követi Beer törvényét. Az alsó határ alacsonyabb viszonyszámú celluloid lappal 0,02 mg-ig csökkenthető 100 ml térfogatban.

A méréseket káliumdihidrofoszfát oldattal végeztem és az eredményeket foszforra számítottam.

Mérési eredmények:

I. Táblázat.

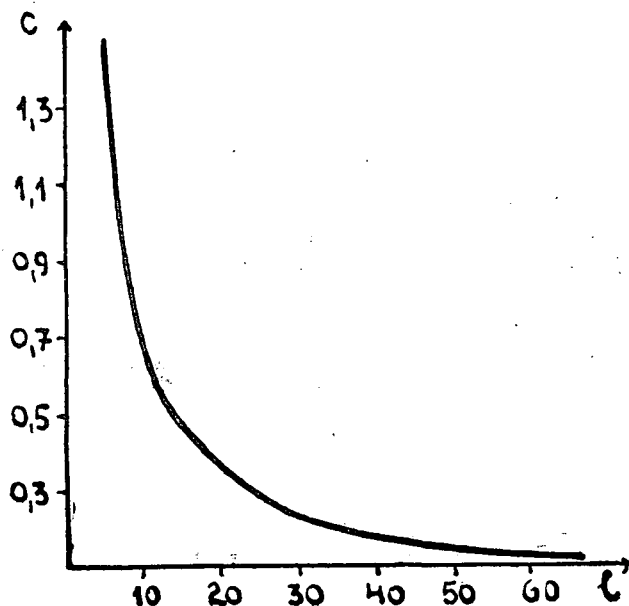
Bemérés mg P/100 ml	Talált mg P/100 ml	Eltérés mg	Eltérés ‰
0,1732	0,1725	0,0007	- 0,4
0,2310	0,2313	0,0003	+ 0,1
0,5775	0,5832	0,0057	+ 1
0,8085	0,8093	0,0012	+ 0,15
1,155	1,162	0,007	+ 0,7

Ezen táblázat adatainál a viszonyszám megállapítását és a méréseket ugyanazon személy végezte, s így az ilyen típusú kolorimétereknél lehetséges szubjektív hiba kiesett.

II. Táblázat.

Bemérés mg P/100 ml	Talált mg P/100 ml	Eltérés mg	Eltérés ‰
0,1732	0,1695	0,0037	- 2,1
0,2310	0,2294	0,0016	- 0,7
0,5775	0,5717	0,0058	- 1
0,8085	0,7829	0,025	- 3
1,155	1,143	0,012	- 1

A II. táblázatban közölt adatoknál a mérést és a viszonyszám megállapítását nem ugyanazon személy végezte. A szubjektív hiba már érezhető, (erre, de egyben a módszer megbízhatóságára is mutat a követ-



1. ábra

kezetesen negatív eltérés). A pontosság azonban így is eléri a koloriméteres meghatározások pontosságát.

A K viszonyszám meghatározása után, *megszerkeszthetjük a celluloid laphoz tartozó görbét is*. Mivel a K értéke két tényező szorzatából adódik, az egyik tényezőt tetszőlegesen változtatva, a hozzátartozó másik tényező kiszámítható. Az így kapott értékeket egy koordináta rendszerben ábrázolva, megkapjuk a K -nak megfelelő celluloid lap görbáját. Az 1. ábra a $K = 7,203$ viszonyszámú celluloid lap görbáját ábrázolja, ahol az abszcissa-tengelyre a rétegvastagság (l), az ordináta-tengelyre a koncentráció (c) van felmérve, mg/100 ml egységekben.

A méréshez használt celluloid lap görbéről a rétegvastagság meghatározása után a koncentráció leolvasható. *A görbéről megállapítható az a mérési tartomány is, amelyen belül a meghatározás kielégítő pontossága lehetséges*. Ha ugyanis egy bizonyos koncentráció változáshoz igen kicsi rétegvastagság változás tartozik, a mérés pontatlanságának valószínűsége igen nagy lesz. Fordított esetben viszont, nehéz megtalálni azt a pontot, ahol a látómező két felének megvilágítása azonos.

A leírt módszer más anyagok meghatározására is alkalmazható. Ilyen irányú kísérleteim folyamatban vannak.

IRODALOM

- [1] Balleneger Róbert: Talajvizsgálati módszerkönyv. Budapest, 1953.
[2] A. K. Babko—A. T. Pilipenko: Kolorimetriás analízis. Budapest, 1953.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРА С КОЛОРИМЕТРОМ ДЮБОСКА

П. Надь

При определении фосфора в виде молибденового комплекса с колориметром Дюбоска, вместо систематического применения сравнительного раствора я применил целлюлодную плиту. Поглощение ей света я определил по сравнению с раствором первичного кислого фосфата калия, а потом с этим сравнил рассматриваемый раствор. К целлюлодной плите может быть построен и график, по которому при колориметрировании непосредственно читаема концентрация рассматриваемого раствора.

PHOSPHORBESTIMMUNG MIT DUBOSQUE-SCHEM KOLOROMETER

Von

P. NAGY

Bei Bestimmung des Phosphors in seinem molybdänen Komplex mit Dubosque-schem Kolorometer habe ich statt der Anwendung einer zum Vergleich dienenden Lösung ein Blatt Zelluloid benutzt, dessen Lichtabsorption ich vorher durch Vergleich mit einer Kaliumhydrophosphatlösung von bekannter Konzentration bestimmt hatte. Mit diesem Zelluloidblatt verglich ich später die zur Untersuchung stehende Lösung. Zu diesem Zelluloidblatt kann auch eine Kurve konstruiert werden, mit deren Hilfe bei den Messungen die Konzentration der zur Untersuchung stehenden Lösung unmittelbar abgelesen werden kann.